

**BATT ★ S03 K4894 D/41 ★ DE 3011-571**  
Surface tension measurement of molten enamel, metal etc. -  
separating liq. beam at nodes of standing ultrasonic wave by  
increasing velocity amplitude

BATTELLE-INSTITUTE 26.03.80-DE-011571

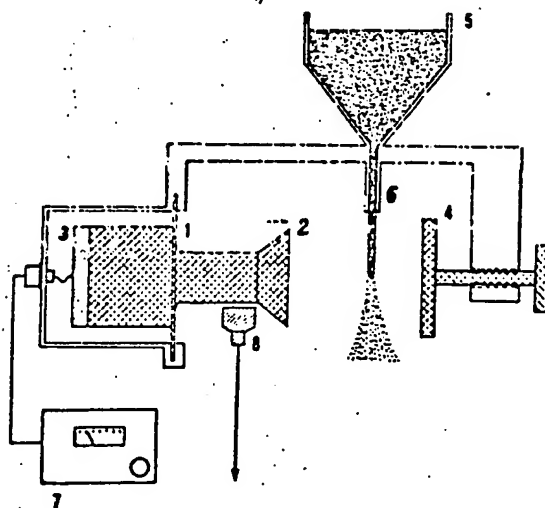
(01.10.81) G01n-13/02

26.03.80 as 011571 (1297BD)

An arrangement for measurement of surface tension by feeding a sample of liquid into the region of a pressure node of a standing ultrasonic wave enables the advantages of dynamic measurement methods to be achieved with economical continuous measurement. The device may be used in a portable mode for rapid measurement, esp. with liquids whose qualities are variable.

The liq. is fed in in the form of a liq. beam whose velocity amplitude is continuously increased in the modes until the beam separates. The separation velocity amplitude is the measure of the surface tension. It is increased by raising the ultrasonic generator (7) power or transmitter (3) amplitude for constant gas density or pressure. These values can be used as the measure of surface tension. (16pp Dwg.No.1)

S3-F4



①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Off nl gungsschrift  
⑪ DE 30 11 571 A 1

⑤① Int. Cl. 3:  
G 01 N 13/02

②① Aktenzeichen:  
②② Anmeldetag:  
④③ Offenlegungstag:

P 30 11 571.0  
28. 3. 80  
1. 10. 81

⑦① Anmelder:  
Battelle-Institut e.V., 6000 Frankfurt, DE

⑦② Erfinder:  
Heide, Wolfgang Martin, Dipl.-Phys., 8100 Darmstadt, DE;  
Lierke, Ernst Günter, Dipl.-Phys. Dr.-Ing., 6231 Schwalbach,  
DE

⑥④ Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung von Oberflächenspannung

DE 30 11 571 A 1

DE 30 11 571 A 1

3011571

3011571

10 390-21/ 5/80

21. März 1980

CASCH/KRI

5

BATTELLE - INSTITUT E.V., Frankfurt/Main

Patentansprüche

10

1. Verfahren zur Bestimmung von Oberflächenspannung, bei dem die Flüssigkeitsprobe in den Bereich des Druckknotens einer stehenden Ultraschallwelle geführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Probe in Form eines Flüssigkeitsstrahls einge-  
15 leitet, die Schnelleamplitude im Druckknoten bis zum Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls kontinuierlich erhöht und die für das Auseinanderreißen erforderliche Schnelleamplitude als Maß für die Oberflächenspannung benutzt wird.

20

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schnelleamplitude durch Steigerung der Ultraschall-Generatorleistung oder Ultraschall-Senderamplitude bei konstanter Gasdichte bzw. konstantem Druck erhöht und die für das Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls erforderliche Generatorleistung oder Senderamplitude als Maß für die Oberflächenspannung benutzt wird.

130040/0618

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schnelleamplitude durch Steigerung des Gasdrucks bzw. der Gasdichte bei konstanter Ultraschall-Generatorleistung bzw. Ultraschall-Senderamplitude erhöht und die für das Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls erforderliche Gasdichte bzw. Gasdruck als Maß für die Oberflächenspannung benutzt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchmesser des Flüssigkeitsstrahls ca. 1 bis 5 mm beträgt.
5. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie besteht aus einem Senderwandler (1) und einem Reflektor (4), einer Einrichtung (5,6) zur Einführung des Flüssigkeitsstrahls, einer Einrichtung (9,10) zur Kontrolle der Desintegration des Flüssigkeitsstrahls sowie einer Anordnung (7,8,13,14) zur stufenlosen Änderung und Messung der Generatorleistung, Senderamplitude, und/oder der Gasdichte bzw. des Gasdrucks.
6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtung (5,6) zur Führung des Flüssigkeitsstrahls eine austauschbare Kapillare (6) aufweist.

13-03-00

3011571

7. Vorrichtung nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Einrichtung (5,6) zur Einführung des Flüssigkeits-  
strahls in axialer Richtung verschiebbar ist.
- 5 8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch ge-  
kennzeichnet, daß zur Kontrolle der Desintegration des  
Flüssigkeitsstrahls eine Lichtquelle (9) und eine Photo-  
zelle (10) vorgesehen sind.

10

15

20

25

130040/0618

3011571

10 390-21/5/80

21. März 1980

CASCH/KRI

5

BATTELLE - INSTITUT E.V., Frankfurt/Main

10

=====

Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung

von Oberflächenspannung

=====

15

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung von Oberflächenspannung, bei dem die Flüssigkeitsprobe in den Bereich des Druckknotens einer stehenden Ultraschallwelle geführt wird, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

20

Für die Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten oder Schmelzen sind verschiedene Meßverfahren bekannt. Sie werden in Bezug auf die verwendeten Flüssigkeitseigenschaften als statische oder dynamische Verfahren bezeichnet. Zu den statischen Methoden gehören z.B. alle Bügel-, Steighöhen-, Tropfen-, Blasen- und Krümmungsdruck-Methoden, während die dynamischen Meßmethoden angeregte Schwingungen von Flüssigkeiten auswerten (F. Kohlrausch, "Praktische Physik", Band 1, R.G. Teubner Verlag, 1968, S. 186-191).

25

30040/0618

Die statischen Verfahren sind am weitesten entwickelt und werden für Messungen in der Praxis am häufigsten eingesetzt. Auf die Meßgenauigkeit wirken sich jedoch Alterungen der Oberflächen der Meßeinrichtungen sowie unvollständige Be-  
 5 netzung zwischen Apparatur und Flüssigkeit nachteilig aus.

Die dynamischen Verfahren besitzen nicht das Problem der Oberflächenalterung. Ebenso werden die Messungen nicht, wie bei den statischen Verfahren, durch die Vollständigkeit der  
 10 Benetzung beeinflußt, da nur die Eigenschaften von freien Flüssigkeitsoberflächen in Form von Wellenlängen, Resonanzfrequenzen oder Phasendifferenzen zur Auswertung herangezogen werden. So ist z.B. ein Verfahren bekannt, bei dem die Stoffparameter durch Anregung von Oszillationen bzw. Pulsa-  
 15 tionen an einem in einer stehenden Ultraschallwelle schwebenden Tropfen berührungslos ermittelt werden können (DE-OS 27 09 698). Der Nachteil dieses Verfahrens liegt darin, daß positionierte Tropfen höherer Viskosität keine auswertbare Resonanz zeigen und unter terrestrischen Bedingungen durch  
 20 stehende Ultraschallwellen nur kleine Tropfen unverformt in der Schwebe zu halten sind. Ferner sind zur Durchführung von dynamischen Meßverfahren allgemein aufwendige Vorrichtungen erforderlich.

25 Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde,

ein Verfahren zu entwickeln, das die Vorteile der dynamischen Meßmethoden aufweist, jedoch ohne den gerätetechnischen Aufwand kontinuierlich durchgeführt werden kann. Die erfindungsgemäße Vorrichtung soll einen mobilen Einsatz für Schnellbestimmungen der Oberflächenspannung, insbesondere von Flüssigkeiten mit veränderlichen Stoffparametern, ermöglichen.

Es hat sich nun gezeigt, daß sich diese Aufgabe lösen läßt, wenn die Probe in Form eines Flüssigkeitsstrahls eingeleitet, die Schnelleamplitude im Druckknoten bis zum Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls kontinuierlich erhöht und die für das Auseinanderreißen erforderliche Schnelleamplitude als Maß für die Oberflächenspannung benutzt wird.

Die Schnelleamplitude kann durch Steigerung der Ultraschall-Generatorleistung bzw. Ultraschall-Senderamplitude erhöht und die für das Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls erforderliche Generatorleistung bzw. Senderamplitude als Maß für die Oberflächenspannung benutzt werden. Nach einer weiteren Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Erhöhung der Schnelleamplitude durch Steigerung des Gasdrucks bzw. der Gasdichte bei konstanter Ultraschall-Generatorleistung bzw. Ultraschall-Senderamplitude erreicht. In diesem Fall kann der im Moment des Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls gemessene Gasdruck zur Ermittlung der Oberflächenspannung herangezogen werden.



Der Durchmesser des in den Bereich der Ultraschallwelle ge-  
führten Flüssigkeitsstrahls kann in weiten Grenzen variieren.  
Er beträgt jedoch vorzugsweise zwischen 1 und 5 mm. Die Vor-  
richtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens  
5 ist in den Ansprüchen 5 bis 8 beschrieben.

Die Erfindung basiert auf der Tatsache, daß Flüssigkeits-  
strahlen im Schnellebauch bzw. Druckknoten eines stehenden  
Ultraschallfeldes auseinanderreißen. Hierfür wird zwischen  
10 einem kolbenmembranförmigen schwingenden Ultraschallsender  
mit einer Arbeitsfrequenz von z.B. 20 kHz und einem diesem im  
Resonanzabstand von  $x_0 = n \cdot \lambda / 2$ , mit  $n = 1, 2, 3, \dots$ , gegen-  
berliegenden ebenen Reflektor ein stehendes Wellenfeld er-  
zeugt. Das Wellenfeld läßt sich durch den Schalldruck  $p$  bzw.  
15 Schallschnelle  $v$  beschreiben:

$$p(x) = p_{\max} \cdot \cos kx$$

$$v(x) = v_{\max} \cdot \sin kx = \frac{p_{\max}}{\rho_0 \cdot c_0} \cdot \sin kx$$

20

$$\text{wobei } k = \frac{2\pi}{\lambda} = \text{Wellenzahl,}$$

$$\lambda = \frac{c_0}{f} = \text{Wellenlänge,}$$

25  $c_0$  = Schallgeschwindigkeit im gasförmigen Medium, z.B. Luft,

$\rho_0$  = Dichte des Gases

bedeuten.

Wird die zu messende Flüssigkeit in einem zylindrischen Strahl radial in das Ultraschallwellenfeld eingeleitet, so wirken durch die schwingenden Moleküle des gasförmigen Mediums auf sie die axialen Kräfte des Schallstrahlungsdrucks  $p_{\text{str}}$  und die radial nach außen gerichteten Kräfte des Bernoulli Unterdrucks  $p_{\text{Bern}}$ :

$$(p_{\text{str}})_{\text{max}} = \frac{p_{\text{max}}^2}{2 \rho_0 \cdot c_0^2}$$

$$(p_{\text{Bern}})_{\text{max}} = - \frac{\rho_0}{2} v_{\text{max}}^2$$

Im Zusammenwirken dieser beiden Drucke erhält man die auf den Flüssigkeitsstrahl einwirkenden Kräfte. Der Gradient des Schallstrahlungsdrucks erzeugt eine Axialkraft in Ausbreitungsrichtung der Schallwelle und drückt den Strahl in den Bereich mit dem kleinsten Strahlungsdruck, den Druckknoten. In diesem Bereich wird ein Flüssigkeitsstrahl zunächst zu einem Film auseinandergezogen. Am Rande dieses Films werden dann von den Gasmolekülen Scherkräfte erzeugt, die zum radialen Abnebeln von Flüssigkeitströpfchen führen. Den Kräften zur Flüssigkeitsdesintegration wirkt seitens des zylindrischen Strahls der Kapillardruck  $p_{\text{Kapillar}}$  entgegen:

$$p_{\text{Kapillar}} = \frac{\sigma}{r}$$

wobei  $\sigma$  die Oberflächenspannung der Flüssigkeit und  $r$  den Strahlungsradius bedeuten.

Für Flüssigkeiten mit großer Oberflächenspannung werden dem-  
entsprechend proportional größere Schallpegel zur Überwindung  
des Kapillardrucks benötigt. Größere Schallpegel  $p$  sind ent-  
weder durch Erhöhung der Schnelleamplitude  $v_o$  des Senderwand-  
5 lers oder durch Erhöhung der Gasdichte bzw. des Gasdrucks:

$$p = \rho_o \cdot c_o \cdot v_o = \omega \cdot \rho_o \cdot c_o \cdot A_o$$

möglich. Die Gasdichte  $\rho_o$  wird bei erhöhtem statischem Gas-  
10 druck  $p_{\text{Gas}}$  zu

$$\rho = \rho_o \left( \frac{p}{p_o} \right)_{\text{Gas}}$$

In diesen Gleichungen bedeuten  
15

$\omega = 2\pi f$  = Kreisfrequenz

$f$  = Ultraschallfrequenz

$A_o$  = Senderwandleramplitude

$\rho, \rho_o$  = Gasdichte.  
20

Aus diesen Zusammenhängen ergibt sich die Möglichkeit, die Ober-  
flächenspannung der Flüssigkeit über die Parameter Amplitude  
oder Leistung des Ultraschallsenders zu bestimmen:

$$25 \quad \sigma = K_1 \cdot A^2 = K_2 \cdot N$$

3011571

wobei  $N$  die Leistung des Ultraschallgenerators und  $K_1$  bzw.  $K_2$  die Gerätekonstanten bedeuten.

Die Messung der Oberflächenspannung reduziert sich somit auf  
 5 die Messung der zum Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls  
 erforderlichen Senderamplitude  $A$ , der Ultraschalleistung  $N$   
 oder des Gasdrucks.

Die Gerätekonstanten  $K_1$  und  $K_2$  lassen sich durch Verwendung  
 10 von Eichflüssigkeiten bekannter Oberflächenspannung unmittel-  
 bar bestimmen.

Der Zerstäubungseinsatz im Druckknoten des Wellenfeldes kann  
 entweder direkt beobachtet werden oder über optische Empfänger  
 15 durch Absorptions- oder Streuungsanzeigen kontrolliert werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren und die Vorrichtung werden an-  
 hand beiliegender Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen in  
 schematischer Vereinfachung:

20

Figur 1 bis 4

mögliche Ausführungsformen für die erfindungsgemäße Vorrichtung.

Figur 1 zeigt einen gestuften Ultraschallsenderwandler 1 mit  
 25 der Abstrahlfläche 2 und z.B. piezoelektrischer Anregung 3. Im

Abstand  $x_0 = n \cdot \lambda / 2$  befindet sich ein justierbarer Reflektor  
4. Aus einem Vorratsgefäß 5 wird durch eine axial justierbare  
Kapillare 6 ein Flüssigkeitsstrahl einstellbaren Durchmessers  
in den Schalldruckknoten eingeleitet. Die elektrische Lei-  
5 stung am Ultraschallgenerator 7 wird nun soweit erhöht bis  
der Strahl desintegriert und gemessen. Anstelle der Leistung  
kann über einen Wirbelstromsensor 8 auch die Amplitude des  
Senderwandlers gemessen und in Werten der Oberflächenspan-  
nung geeicht werden.

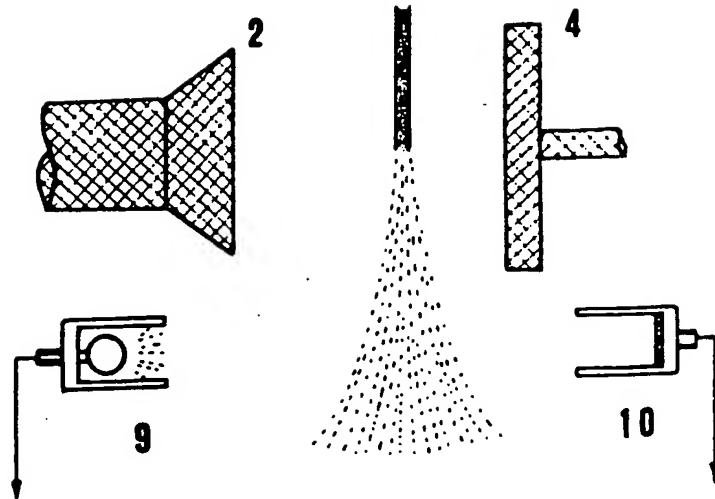
10

Aus Figur 2 und 3 geht hervor, daß der Desintegrationseinsatz  
durch optische Sensoren, z.B. durch eine Lampe 9 und eine  
Photozelle 10, in Form einer Lichtschranke (Figur 2) oder  
Streulichtmessung (Figur 3) kontrolliert werden kann.

15

In Figur 4 wird eine Vorrichtung gezeigt, bei der die Ände-  
rung der Schnelleamplitude über die Erhöhung des Gasdrucks  
erfolgt. Das oben beschriebene System befindet sich in diesem  
Fall in einem abgeschlossenen Behälter 11. Die Änderung des  
20 Gasdrucks erfolgt über den Stutzen 12 und Absperrventil 13.  
Der zum Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls erforderli-  
che Gasdruck läßt sich am Manometer 14 ablesen.

25

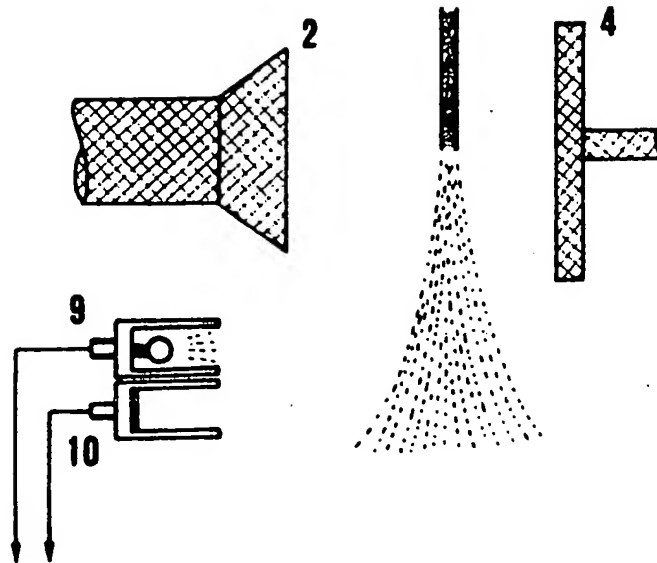


Figur 2

26-03-80

13

3011571



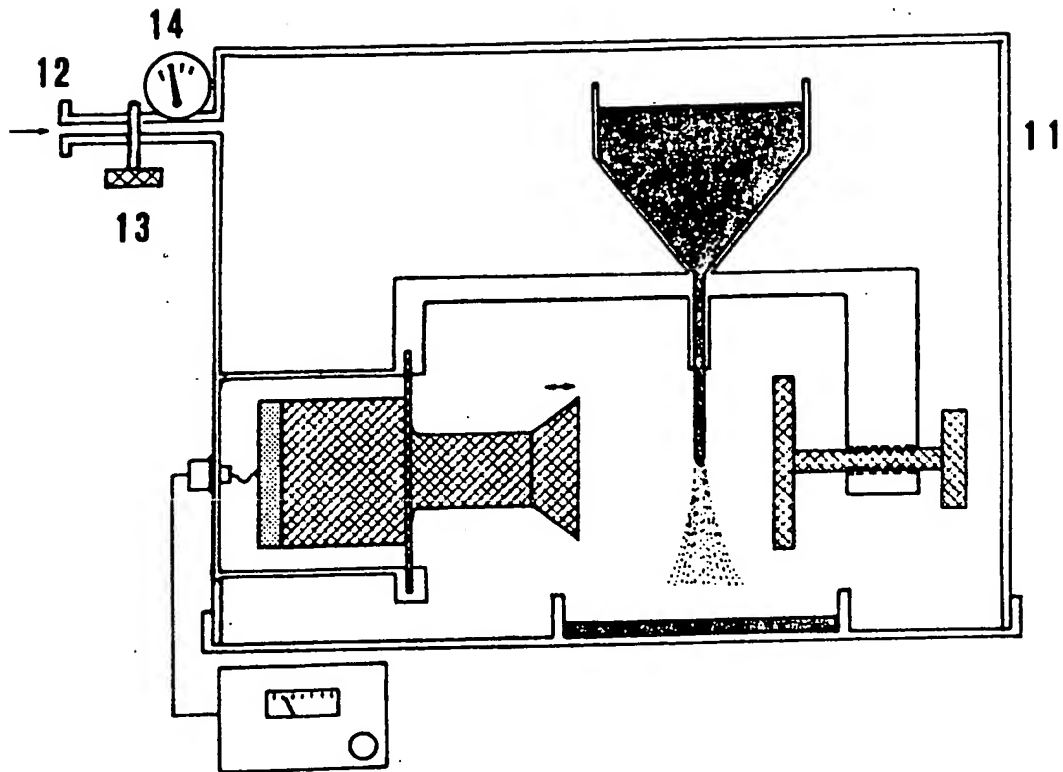
Figur 3

130040/0618

25-03-80

14

3011571



Figur 4

130040/0618

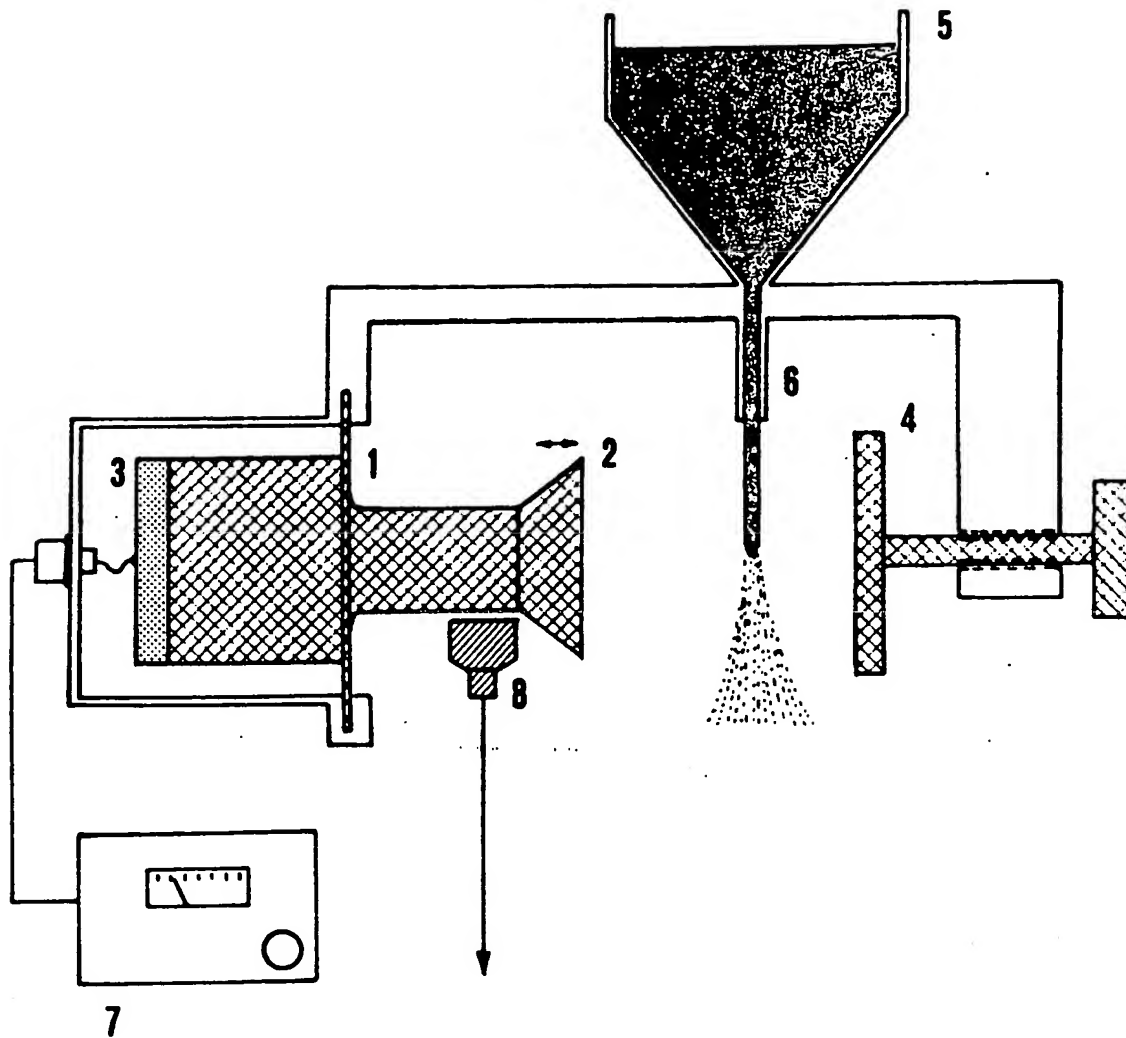


3011571

15

Numm r:  
Int. Cl.<sup>3</sup>:  
Anm ld tag:  
Offenlegungstag:

30 11 571  
G 01 N 13/02  
26. März 1980  
1. Oktober 1981



Figur 1

130040/0618